

with BzCl in PhCl containing K₂CO₃, I (R = H, R₁ = Bz) (91%) was formed.

=> s 79:6796/dn
L7 1 79:6796/DN

=> d 17 bib,abs

L7 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN
AN 1973:406796 CAPLUS
DN 79:6796
TI 5,8-Dimethylpyrazolanthrone
IN Arient, Josef
SO Czech., 3 pp.
CODEN: CZXXA9
DT Patent
LA Czech
FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	CS 146895		19730115	CS 1971-1065	19710212
AB	5,8-Dimethylpyrazolanthrone (I) [40537-86-8] was prepared in 89% yield by diazotization of 5,8-dimethyl-1-aminoanthraquinone in nitrosyl sulfuric acid, isolation of the diazonium sulfate, reduction with NaHSO ₃ in alkaline solution, and cyclization of the K 5,8-dimethylanthraquinone-1-(hydazinedisulfonate) in concentrated H ₂ SO ₄ .				

=> logoff
ALL L# QUERIES AND ANSWER SETS ARE DELETED AT LOGOFF

LOGOFF? (Y)/N/HOLD:Y

COST IN U.S. DOLLARS	SINCE FILE ENTRY	TOTAL SESSION
FULL ESTIMATED COST	33.58	33.79
DISCOUNT AMOUNTS (FOR QUALIFYING ACCOUNTS)	SINCE FILE ENTRY	TOTAL SESSION
CA SUBSCRIBER PRICE	-5.11	-5.11

STN INTERNATIONAL LOGOFF AT 16:02:20 ON 10 FEB 2005

ATTORNEY DOCKET NUMBER: 9516-186-999
SERIAL NUMBER: 10/578,809
REFERENCE: B01

K00009131

ČESkoslovenská
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKAORAD PRO PATENTY
A VYNALEZY

PATENTOVÝ SPIS 146895

Právo k využití vynálezu přísluší státu
podle § 3 odst. 6 zák. č. 34/1957 Sb.

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vydáno 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

EXTRADITIONAL RESEARCH LIBRARY
U.S. SCIENCE AND INVENTION
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 688.812.55

Dr. Ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

Způsob přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu

1

Vynález se říká způsobu přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminocentrachinonu.

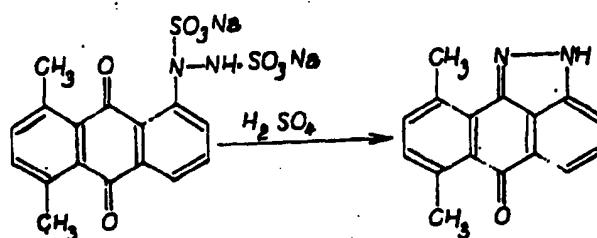
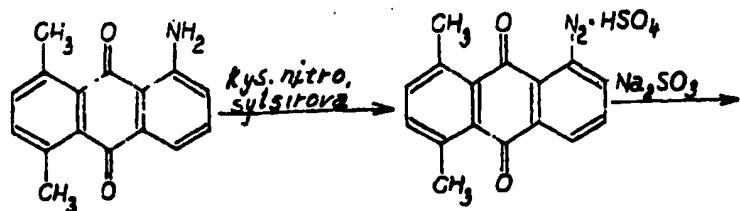
Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů nani popsína. Jeho 5,8-dimetyllderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivech jejich koloristické vlastnosti.

Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

dimethylpyrazolantronem připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminocentrachinonu diazotaci a následující redukci. Diazotace se provádí kyselinou nitrosoylárovou. Vzniklý diazoniumsalát se redukuje se citlivánem sodným na 5,8-dimetylentrachinonyl-1-hydrazindisulfonan, který se z vodného roztoku isoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindisulfonan draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylentrachinonyl-1-hydrazin se současně cykлизuje na 5,8-dimethylpyrazolantron.

146895

BEST AVAILABLE COPY



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimetylpyrazolantronu je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přetiskti sublimací.

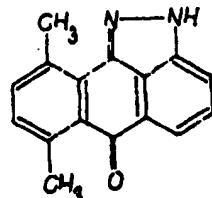
Příklad

Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za micháni 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpuštění se dusičnaná kyselina ochladi na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimetyl-1-aminoantachinonu. Zvolna se zahřeje na 30–33 °C a za micháni se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkuška na Kj-škrbový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazonium-sulfát se odfiltruje na mříži a tříšká se promye 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývaci podíl se jímá k hlavnímu filtrátu, ostatní se zpracuje jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 600 ml) se přidá 60 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinekodnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolátky s chloridem zinekodnatým se odfiltruje, promye až 50 ml konc. roztoku NaCl a

přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolátky se vnese během 1 hodiny do roztoku sulfátu sodného připraveného smíšením 31,2 g NaHSO₄ ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N lichu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vodění diazu je 17 až 30 °C. Michá se přes noc, roztok musí být stále alkalicí na brilant. Příští den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivačního uhlí a roztok se za tepla akleruje. Aktivní uhlí se na filtru promýje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a posléze se zvlněna ochladi na 20 °C. Vyloučená drasselná sůl hydrazinsulfonanu se odseje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za micháni vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po 1hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladi na 75 °C. Příkape se 240 ml vody, příjem je teplota udržuje na 80 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimetylpyrazolanton se odfiltruje na filtr. Promýje se vodou do neutrální reakce a suší se vakuu při 100 °C. Výsledek je 19,8 g 99% produktu.

PŘEDMET PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolanthronu vzorce



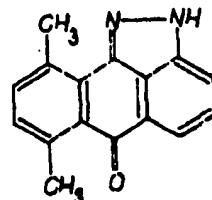
vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantrechinoz se diazotuje dusičnánem sodným v prostředí kyseliny sirové, vzniklé diazoniová sůl se redukuje roztokem amfiflau sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrechinton-1-hydrazindisulfonam drážlivý, který se koncentrovanou kyselinou sirovou při 80-85 °C cyklizuje na 5,8-dimetylpyrazolanthron.

Severogvolsk, a. s., provozovna 22 West

BEST AVAILABLE COPY

PŘEDMET PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantra-
chinon se diazotuje dusičnanem sodným v
prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová
sůl se redukuje roztokem stříbrnanu sodného
v alkalickém prostředí a redukční produkt
se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-
-hydrazindisulfonan drasselný, který se kon-
centrovanou kyselinou sírovou pH 90-95 °C
cykluje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severogalile, a. s., průmyslová 22, Most